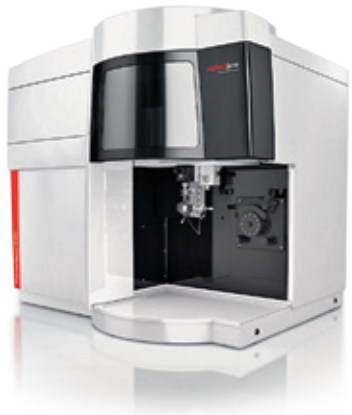
ИСП-ОЭС PlasmaQuant 9100 и PlasmaQuant 9100 Elite для сложных рутинных задач



analytikjena
An Endress+Hauser Company

Компания Analytik Jena представила новые оптико-эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС) PlasmaQuant 9100 и PlasmaQuant 9100 Elite. Эти высокоавтоматизированные приборы ориентированы на выполнение больших объемов рутинных задач по анализу проб со сложными матрицами в химической, нефтегазовой, горнодобывающей, металлургической и других отраслях. В приборах реализованы хорошо зарекомендовавшие себя в моделях 9000-й серии технологии плазменной горелки V Shuttle Torch, двойного обзора плазмы Dual View PLUS и ряд других.

Так, удобная конструкция полностью разборной горелки V Shuttle Torch упрощает и минимизирует время технического обслуживания. Отдельные выработавшие ресурс компоненты могут быть без проблем заменены. Горелка подключается по принципу plug-and-play с автоматической стыковкой с блоком подачи газов. Таким образом, ее установка производится быстро и точно, без необходимости дополнительных настроек. Вертикальное положение факела плазмы позволяет анализировать высококонцентрированные аликвоты образцов, способствует повышению точности и воспроизводимости благодаря меньшему загрязнению горелки.

Высокочастотный генератор на базе катушки индуктивности с четырьмя обмотками, работающий на частоте 40 МГц, обеспечивает стабильность плазмы. Выходная мощность генератора регулируется в диапазоне от 700 до 1700 Вт с мгновенной подстройкой под условия работы.

Система двойного обзора плазмы Dual View PLUS значительно расширяет возможности анализа образцов со сложными матрицами и экстремальными для метода ИСП-ОЭС концентрациями аналита. Спектральные помехи, обусловленные холодными участками плазмы, устраняются благодаря технологии подачи встречного потока аргона.

Модель PlasmaQuant 9100 Elite отличается повышенным спектральным разрешением. В оптической системе используется двойной эшелле-монохроматор и детектор на основе матрицы ПЗС. Излучение регистрируется в спектральном диапазоне от 160 до 900 нм.

Обработка результатов измерений выполняется программным обеспечением Aspect PQ с применением алгоритмов автоматической коррекции базовой линии и спектральных помех. Приборы могут комплектоваться дополнительными устройствами для автоматизации ввода проб.

www.analytik-jena.com

Спектрофотометры UV-i Selection: интеллект, инновации, информативность

SHIMADZU
Excellence in Science

Корпорация Shimadzu представила шесть новых моделей спектрофотометров, работающих в УФ- и видимом диапазонах, под новым брендом UV-i Selection. Приборы в стандартной комплектации оснащены аналитической системой обработки данных LabSolutions UV-Vis. Спектрофотометры могут использоваться как в научных исследованиях, так и в промышленности.

Новая серия включает следующие модели: UV-1900i, UV-2600i, UV-2700i, UV-3600i Plus, SolidSpec-3700i и SolidSpec-3700i DUV. Индекс "i" указывает на интеллектуальную систему оценки образца, упрощающую рутинные задачи (intelligence), инновационную автоматизацию измерений (innovation) и информативный анализ с расширенными функциями управления данными (informatics).

Модели серии UV-i Selection объединяют следующие особенности:

- функция спектральной оценки, которая автоматически определяет, соответствуют ли результаты измерения заданным критериям. Эта функция помогает повысить эффективность операций контроля качества, устраняя необходимость вмешательства пользователя в анализ данных после получения спектров;
- возможность реализации автоматического процесса анализа без участия пользователя. При подключении автосемплера и использовании функции спектральной оценки система может автоматически обработать до 360 образцов с определением их соответствия критериям;
- повышенная эффективность анализа и расширенные функции управления данными. Результаты измерений могут быть в режиме реального времени импортированы в электронную таблицу Excel и/или сохранены в текстовом формате для обработки специализированным аналитическим программным приложением. Кроме того, программное обеспечение Shimadzu LabSolutions предоставляет расширенные функции защиты данных.

Спектрофотометры серии UV-i Selection работают в диапазоне длин волн от дальней УФ- до ближней ИК-областей – 165–3300 нм. Они имеют высокую чувствительность и предлагают большой выбор режимов измерения. Младшая модель серии – UV-1900i – отмечена престижной международной наградой в области промышленного дизайна 2019 Red Dot Design Award.

www.shimadzu.eu

Просвечивающий электронный микроскоп с атомным разрешением

Компания JEOL представила новый аналитический просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-ARM300F2 (GRAND ARM 2). Благодаря ряду инновационных технических решений максимальное разрешение прибора достигло уровня, при котором возможно получение качественных изображений атомной структуры исследуемых веществ.

В GRAND ARM 2 используется новый полюсный наконечник объективной линзы FHP2 (full high resolution polepiece), который позволил не только достигать максимального разрешения в режиме электронной микроскопии, но и увеличить телесный угол до 1,4 стерадиан. Благодаря этому при анализе методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) эффективность детектирования рентгеновского излучения повышена по сравнению с предыдущей версией полюсного наконечника более чем в два раза.

Следует отметить, что GRAND ARM 2 предлагается в двух вариантах конфигураций: со сверхвысоким и высоким разрешением. Именно в первой конфигурации используется полюсный наконечник FHP2, и разрешение в режиме сканирующей просвечивающей электронной микроскопии составляет 53 пм при ускоряющем напряжении 300 кВ и 96 пм при 80 кВ.

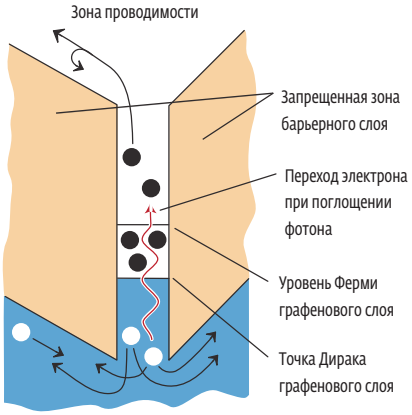
В конфигурации высокого разрешения применяется полюсный наконечник объективной линзы WGP (wide gap polepiece). Его преимущества – увеличенный до 2,2 стерадиан телесный угол, а также возможность использовать кремниевый дрейфовый детектор большей площади, разместив его ближе к образцу. Все это обусловило существенно лучшую чувствительность в режиме ЭДС. Кроме того, увеличенный зазор между полюсами позволяет размещать держатели образца большей толщины, что расширяет экспериментальные возможности. В данной конфигурации разрешение составляет 59 и 111 пм при ускоряющих напряжениях 300 и 80 кВ соответственно.

GRAND ARM 2 комплектуется последней версией полевой электронной пушки с холодным катодом.

В колонну ПЭМ интегрирован разработанный JEOL модуль коррекции аберрации COSMO (corrector system module). Также для прибора разработан новый корпус, улучшивший изоляцию от изменений температуры, движения воздуха и акустических помех, что дополнительно повысило точность и воспроизводимость измерений.

www.jeol.co.jp

ИК-детекторы на основе гетероструктур графена и черных фосфора и мышьяка



Детекторы дальнего и среднего инфракрасных (ИК) диапазонов находят широкое применение в современной технике, включая аналитические приборы. Поэтому актуальной задачей является улучшение их характеристик путем внедрения новых материалов и создания гетероструктур, в частности, с применением графена. Известно, что энергетический спектр графеновых слоев позволяет использовать межзонные переходы для регистрации нормально падающего электромагнитного излучения в широком спектральном диапазоне, включая средний и дальний ИК, а также терагерцовый. Хорошие перспективы для улучшения характеристик ИК-детекторов имеет комбинация слоев графена и соединений черного фосфора (b-P) с черным мышьяком (b-As).

Группа ученых из Японии, России и США исследовала модели детектора дальней ИК-области с чувствительными элементами из графена и барьерными слоями из b-P и b-As. В такой системе регистрируется переход электрона или дырки из одной разрешенной зоны графена в другую с последующим выходом в зону проводимости черного фосфора или мышьяка. Проведенные исследования показали, что подобная гетероструктура может работать при энергиях фотонов, меньших ширины запрещенной зоны b-P, b-As и их соединений, что соответствует диапазону длин волн более 6–12 мкм. Область чувствительности детектора может быть смещена в терагерцовый диапазон путем увеличения напряжения смещения. Барьерные слои, выполненные из соединений b-As_xB_{1-x} с различными значениями x, позволяют создавать гетероструктуры с желаемыми спектральными характеристиками. При этом существенное влияние на параметры детектора оказывает уровень легирования монослоя графена.

Важной особенностью рассмотренных в исследовании гетероструктур является подавление темнового тока при достаточно высокой фотопроводимости. По сравнению с альтернативными вариантами детекторов среднего и дальнего ИК-диапазонов уровень темнового тока ниже более чем на порядок. Таким образом, полученные результаты показали целесообразность использования гетероструктур на основе комбинации слоев графена, b-P и b-As для разработки ИК-датчиков.

Optics Express: 2020;
DOI: 10.1364/OE.376299

Химики-аналитики помогают реставраторам

В 1914 году Третьяковская галерея приобрела у Н.С.Гаврилова "Портрет Фавста Петровича Макеровского в маскарадном костюме", написанный Дмитрием Григорьевичем Левицким в 1789 году. Тогда же была проведена реставрация этой весьма значительной работы знаменитого живописца. Спустя более 100 лет портрет снова попал к реставраторам, однако предварительно было проведено комплексное исследование применявшихся художественных материалов с целью определения "границ" исходной работы и решения ряда других задач.

В исследованиях, выполненных специалистами ИОНХ РАН, МФТИ и Третьяковской галереи, широко использовались методы аналитической химии. С помощью оптической микроскопии изучалась структура холста, красочных и лаковых слоев и выполнялось сравнение образцов, взятых из разных частей картины. Для оценки элементного состава красочной поверхности и сечений образцов использовали рентгенофлуоресцентный анализ. Методом растровой электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией был исследован элементный состав каждого из структурных элементов образцов, субмикро- и микроразмерных включений, выполнено картирование распределения химических элементов по площади образцов и определена дисперсия содержания органических и неорганических компонентов. Для идентификации функциональных групп и основных классов неорганических соединений в пигментах и связующих веществах, в том числе при локальном анализе микровключений, использовался ИК-фурье-микроскоп. Специфические химические соединения в составе исследуемых слоев лака, краски и грунта были выявлены с помощью рамановского микроскопа с использованием данных, полученных на предыдущих этапах анализа.

В результате исследования получена детальная информация о химическом составе холста, красок и лаков, проведено разделение между материалами, использовавшимися как художником при создании картины, так и при последующих реставрациях. Исследователи установили, что вся картина, имеющая две надставки в нижней части холста, написана Левицким. Об этом свидетельствует единство состава и структуры слоев краски во всех трех частях портрета. Также был сделан вывод о целесообразности сочетания применявшихся методов анализа, которые удачно дополняли возможности друг друга. Например, только ИК-фурье-спектроскопия позволила обнаружить малахит в составе зеленой краски, в то время как другие методы анализа не смогли идентифицировать этот минерал.

Heritage Science, 2020;
DOI: 10.1186/s40494-020-0351-1

Дифференциальный сканирующий калориметр с одновременным измерением трех образцов

Компания TA Instruments представила новый дифференциальный сканирующий калориметр Discovery X3 DSC с системой Fusion Cell и технологией Tzero. Прибор отличает использование калориметрической ячейки, позволяющей выполнять измерение до трех образцов одновременно, что значительно повышает скорость анализа.

Технология Tzero основана на оценке термических сопротивления и емкости ячейки, которые определяют ее способность сохранять энергию. Тепловой поток на всех трех образцах измеряется с очень высокой точностью без необходимости коррекции базовой линии. Погрешность линейности базовой линии составляет не более 10 мкВт в диапазоне температур от −50 до 300°C. Благодаря применению датчика Fixed X3 система имеет стабильную конфигурацию с четко определенным и воспроизводимым путем теплового потока.

Температура регулируется в диапазоне от −180 до 550°C. Серебряная печь Uniblock с долговечными обмотками обеспечивает точный контроль и равномерность нагрева. Система охлаждения имеет высокое быстродействие. Терморегулирующая электроника повышает стабильность и воспроизводимость измеряемых сигналов. Температурная точность составляет ±0,025°C.

Discovery X3 DSC позволяет использовать метод модулированной дифференциальной сканирующей калориметрии для разделения тепловых эффектов разной природы. Прибор комплектуется 54-позиционным автосемплером и может эксплуатироваться в режиме 24/7. Пользовательский интерфейс One-Touch-Away обеспечивает удобство и быстроту настройки.

www.tainstruments.com

АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ОТ МИРОВОГО ЛИДЕРА

LECO
EMPOWERING RESULTS

УГОЛЬ

Быстрое определение показателей качества угля, анализ других органических материалов

МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ

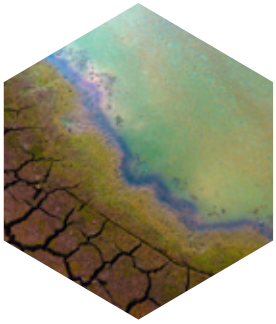
Элементный анализ газообразующих примесей и послойный анализ покрытий

АЗОТ/ПРОТЕИН

Быстрый и нетрудоемкий анализ удобрений и продуктов питания

ЭКОЛОГИЯ

Исчерпывающая информация при обзорном анализе в исследованиях окружающей среды



НЕФТЬ

Новые аналитические подходы в нефтедобыче и нефтехимии

Мы более 80 лет производим оборудование для элементного анализа, термогравиметрии, хромато-масс-спектрометрии, материалографии.

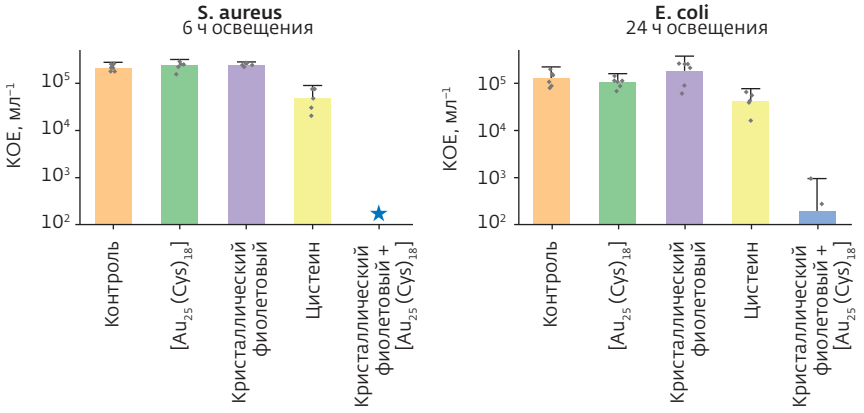
LECO ГАРАНТИРУЕТ ДОСТОВЕРНЫЙ РЕЗУЛЬТАТ!

Представительство LECO Corporation в России и странах СНГ

115280 Москва, 1-й Автозаводский проезд, д. 4, корпус 1
Тел.: +7-495-710-38-18 | info_ru@leco.com

RU.LECO.COM

Фотобактерицидные свойства наночастиц золота



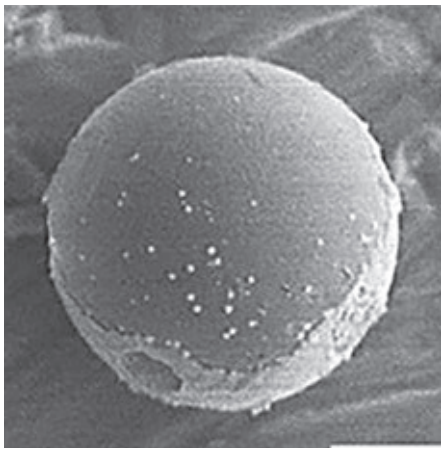
Исследования показывают, что обычная дезинфекция поверхностей в медицинских учреждениях не всегда достаточна для удаления патогенов. Около 27% поверхностей остаются загрязненными бактериями даже после четырех полных циклов обработки дезинфицирующим средством. Все большее внимание привлекают фотобактерицидные агенты, содержащие красители толуидиновый синий О, метиленовый синий и кристаллический фиолетовый, которые могут применяться для поддержания стерильности поверхностей, обработки хирургических инструментов и дезинфекции ран. При действии ультрафиолетового или яркого видимого света интенсивностью 3000 люкс эти вещества подвергаются фотовозбуждению и индуцируют активные формы кислорода, которые повреждают клеточные мембраны и ДНК бактерий, приводя к их гибели. Однако УФ-облучение может быть опасным для человека, а использование столь ярких источников света непрактично.

Исследователи из Университетского колледжа Лондона создали фотобактерицидный полимер, содержащий краситель кристаллический фиолетовый и цистеиновый нанокластер золота $[Au_{25}(Cys)_{18}]$, способный проявлять бактерицидные свойства при освещенности всего 312 люкс. Ученые обнаружили, что кристаллический фиолетовый и наночастицы золота проявляют синергетический бактерицидный эффект, который также зависит от размеров наночастиц золота. Наибольший эффект имеют частицы менее 2 нм. Кластеры $[Au_{25}(Cys)_{18}]$ были получены с помощью масштабируемой микрофлюидной системы с сегментированным потоком. Раствор Au (I), содержащий 3 мМ цистеина, смешивали с гептаном, насыщенным CO, и пропускали через реактор с инвертором потока при 80°C. Образующийся кластер $[Au_{25}(Cys)_{18}]$ вместе с кристаллическим фиолетовым внедряли в силиконовый полимер, который исследовали на бактерицидную активность в темноте и при белом свете 312 люкс по отношению к Staphylococcus aureus и Escherichia coli – распространенным болезнетворным микроорганизмам, вызывающим ряд осложнений, от местных кожных и катетерных инфекций до сепсиса и даже смерти пациентов. Оказалось, что покрытие, содержащее только краситель, не убивает бактерии, в то время как внедрение кластеров золота приводило к снижению роста S. aureus на 3,3 порядка через 6 часов и снижению роста E. coli на 2,8 порядка через 24 часа.

Авторы предполагают, что наличие кластера $[Au_{25}(Cys)_{18}]$ способствует окислительно-восстановительным реакциям, генерируя путь переноса электрона от красителя к кластеру, что приводит к дополнительному образованию H_2O_2.

Nature Communications, 2020;
DOI: 10.1038/s41467-020-15004-6

Гибридная микромашина с тремя двигателями



Нано- и микромашины размером от нескольких нанометров до микрометров могут преобразовывать химическое топливо, световую, магнитную или акустическую энергию в автономное движение. В последнее время появляются микромашины новых конструкций, позволяющие объединить в одном устройстве использование нескольких различных источников энергии, например, магнитокаталитические машины, магнитоакустические машины и т. д. Комбинации световых и каталитических, а также магнитных или ультразвуковых двигателей привели к созданию устройств с "встроенными" тормозными и ускоряющими системами, что позволяет более точно контролировать движение устройств и осуществлять навигацию в сложных средах.

Используя современные двумерные материалы, команда под руководством Альберто Эскарпа (Alberto Escarpa) сконструировала микромашину, работающую от трех независимых источников энергии. Для этого на полистирольную микросферу напыляли слой наночастиц золота, а затем наносили модифицированные тиольными группами двумерные оксид графена, черный фосфор и графилин. Наночастицы Pt и MnO_2, а затем Fe_2O_3 и квантовые точки CdSe@ZnS синтезировали на поверхности микросфер in situ.

Пузырьковый (каталитический) механизм реализовывался при разложении перекиси водорода, присутствующей в среде на наночастицах Pt или MnO_2; наночастицы Fe_2O_3 обеспечивали движение в магнитном поле, а квантовые точки — при облучении светом.

Приложение магнитного поля к микросфере, работающей по магнитно-пузырьковому механизму, увеличивало скорость микромотора в 3 раза, а облучение пузырьково-светового устройства – в 1,5 раза. Добавление третьего механизма движения увеличивало скорость двухкомпонентной машины еще на 73%. Микромашины, оснащенные тремя типами двигателей, могут перемещаться с относительно высокими скоростями даже в вязких жидкостях: слюне, крови и молоке, а варьирование концентрации перекиси водорода, типа катализатора, интенсивностей магнитного поля и света позволяет управлять движением устройства с высокой точностью.

Chemistry of Materials, 2020;
DOI: 10.1021/acs.chemmater.9b04873

Система менеджмента качества предприятия сертифицирована на соответствие требованиям международного стандарта ISO 9001

ПРОИЗВОДСТВО + КОМПЛЕКСНОЕ ОСНАЩЕНИЕ

Крисмас®

shop.christmas-plus.ru
christmas-plus.ru
крисмас.рф

ПРЕИМУЩЕСТВА ОБОРУДОВАНИЯ, ПРОИЗВОДИМОГО ЗАО «КРИСМАС+»

простота использования;
портативность, удобство для переноски;
не потребляет электроэнергию;
не требует специального химико-аналитического образования.

Оборудование экономит время и существенно уменьшает затраты: результаты лабораторного контроля доступны уже через несколько минут и прямо на месте обследования.

Имеет сертификаты соответствия. Полностью соответствует требованиям нормативных документов.

интернет-магазин Крисмас
shop.christmas-plus.ru

- **Оборудование для газового анализа, анализа воды (в том числе котловой), почвы, нефти и нефтепродуктов, санитарно-пищевого контроля**
- **Лаборатории химического контроля и разведки**
- **Судовые лаборатории**
- **Лабораторное оборудование и приборы**
- **Передвижные (мобильные) лаборатории**
- **Лабораторная, офисная мебель**
- **Нормативно-методические и справочные документы**

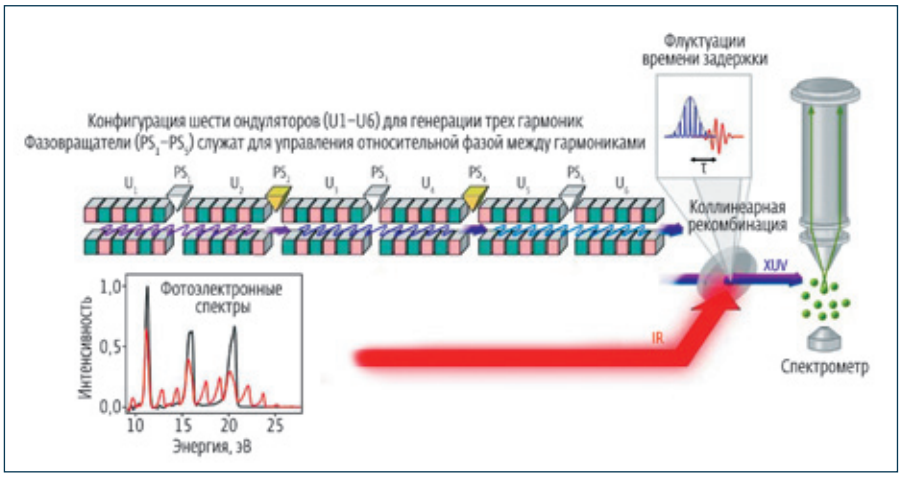
ГАРАНТИЙНОЕ И ПОСТГАРАНТИЙНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ
РАССРОЧКА ОПЛАТЫ
МИНИМАЛЬНЫЕ СРОКИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ

30-летний опыт проектирования и оснащения лабораторий

191119 Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, дом 6
Тел./факс: (812) 575-50-81, 575-55-43, 575-54-07, 575-57-91
8 (800) 302-92-25 – звонок по России бесплатный
Факс: (812) 325-34-79
E-mail: info@christmas-plus.ru
Сайты: shop.christmas-plus.ru, christmas-plus.ru, крисмас.рф, center-souz.ru

Офис продаж в Москве:
127247 Москва,
Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2
Тел.: (917) 579-66-02
E-mail: n-chernyh@christmas-plus.ru
Сайт: ecologlab.ru

Использование аттосекундных импульсов становится реальностью



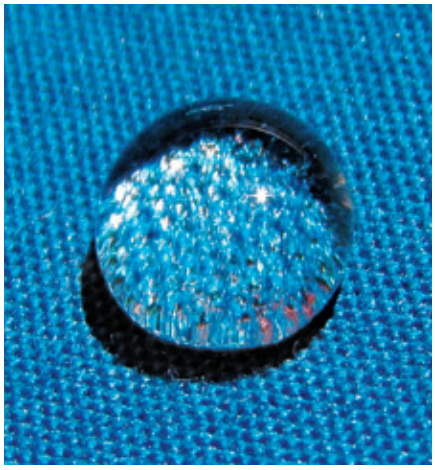
Исследование материалов с аттосекундным временным разрешением – чрезвычайно актуальная научная задача, так как именно в аттосекундах измеряется динамика процессов на уровне валентных и внутренних электронов. До настоящего времени воспроизводимая генерация аттосекундных сигналов демонстрировались только в гармониках высокого порядка. В частности, было предложено несколько методов формирования таких сигналов с использованием металлических фильтров, многослойных зеркал и путем управления полем возбуждения. Однако ни один из этих подходов не позволяет управлять временными характеристиками аттосекундных импульсов, к тому же эффективность процесса генерации гармоник высокого порядка низка.

Новый подход к генерации аттосекундных сигналов заключается в использовании возможностей лазеров на свободных электронах. Такие лазерные установки излучают фемтосекундные импульсы в спектральной области экстремального ультрафиолета или рентгеновского излучения с энергией от десятков микроджоулей до нескольких миллиджоулей. Ранее на них удавалось получать только субфемтосекундные импульсы с нестабильными характеристиками. Однако группа ученых из Германии, Италии, Словении, США, Швеции, Австрии, Венгрии, Японии и России теоретически обосновала и экспериментально реализовала генерацию аттосекундных сигналов с воспроизводимыми временными характеристиками и мощностью на уровне микроджоулей. Нашу страну в проекте представляли ученые из НИИЯФ МГУ.

Экспериментальная часть исследований была проведена на рентгеновском лазере на свободных электронах FERMI в Триесте (Италия). Важной особенностью этой установки является временная когерентность излучения. Для получения аттосекундных импульсов несколько ондуляторов генерировали соседние гармоники основной частоты при регулировании их фазы задержками электронных импульсов во времени. Таким образом, было реализовано управление по амплитуде и фазе гармонических компонент аттосекундной последовательности импульсов. Полученные результаты показывают возможность практической реализации исследований с аттосекундным временным разрешением. В частности, становится реальной перспектива изучения сверхбыстрых нелинейных электронных процессов и управления ими.

Nature, 2020;
DOI: 10.1038/s41586-020-2005-6

Деградация перфторированных загрязнителей



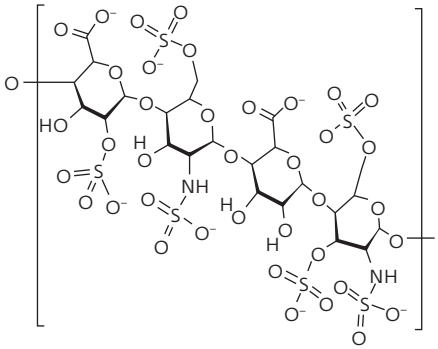
Самая прочная связь в органической химии – связь углерод-фтор (C–F). Высокая стабильность этой связи привлекала внимание химиков начиная с 40-х годов прошлого столетия, что привело к созданию класса пер- и полифторированных соединений. Эти соединения используются в электронике, автомобилестроении и авиационной промышленности, а также во многих потребительских товарах, включая антипригарную посуду, одежду, ковры, шампуни, чистящие средства и клеи. Однако фторированные соединения обладают высокой устойчивостью в окружающей среде и в организмах животных и человека, что приводит к их биоаккумуляции. Исследования на лабораторных животных показывают, что фторсодержащие соединения могут оказывать негативные эффекты на репродуктивную, иммунную и выделительную системы, нарушать работу щитовидной железы и вызывать развитие опухолей.

Основными методами очистки воды от перфторированных соединений служат сорбция и нанофильтрация. Однако в последнее время появились работы, в которых изучается возможность деградации этих веществ в присутствии избыточных электронов. Ученые из Калифорнийского университета в Риверсайде провели изучение процесса распада связи C–F методом молекулярной динамики Борна–Оппенгеймера в молекулах перфтороктановой и перфтороктансульфоновой кислоты – наиболее распространенных перфторированных загрязнителей. Было продемонстрировано, что избыточные электроны обеспечивают диссоциацию связи C–F в этих соединениях в сверхбыстром масштабе времени <100 фс. Начальная фаза деградации включает превращение C–C-связи алканового типа в C=C-связь алкенового типа при транс-элиминировании атомов фтора у соседних атомов углерода. Этот тип элиминирования более вероятен, чем цис-элиминирование. Поскольку атомы фтора, связанные с атомами углерода при двойной связи, легче диссоциируют, такой промежуточный продукт может играть центральную роль в ускорении дальнейших процессов дефторирования. Также было показано самопроизвольное образование молекулы HF, которая способствует дальнейшему разрушению перфторированных соединений.

Авторы считают, что их исследования служат убедительным доказательством перспективности использования избыточных электронов для разрушения C–F– связи во фторсодержащих загрязнителях.

Physical Chemistry Chemical Physics, 2020;
DOI: 10.1039/c9cp06797c

Анализ гепарансульфатов методом масс-спектрометрии ионной подвижности



Гепарансульфаты – линейные сульфатированные полисахариды – обнаружены на поверхности клетки и во внеклеточном матриксе, они участвуют в многочисленных биологических процессах: миграции клеток, воспалении, антикоагуляции, ангиогенезе и метастазировании. Считается, что различные структурные мотивы вдоль линейной последовательности этих полисахаридов служат специфическими сайтами распознавания, однако до сих пор определено лишь несколько таких мотивов, в частности ATIII-связывающий пентасахарид, ответственный за антикоагулянтную активность гепарина.

По аналогии с протеомным анализом изучение последовательности гепарансульфатов начинается с их частичного ферментативного расщепления до олигосахаридов, состоящих из 4–10 мономеров. Однако, в отличие от олигопептидов, число образующихся изомерных олигосахаридов очень велико, и основная сложность при секвенировании заключается в разделении этих близких структур.

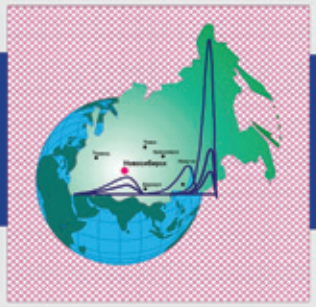
Недавние исследования на гликанах продемонстрировали, что масс-спектрометрия ионной подвижности позволяет характеризовать расположение изомерных гликановых углеводов (маннозы, галактозы и т. д.), конфигурацию (α- и β-аномеры) и способ связывания (гликозидная связь, сиаловые кислоты). Но структура гепарансульфатов еще более сложна, поскольку содержит неоднородно распределенные сульфогруппы и эпимеры.

Международной команде исследователей из Дании, Великобритании и США удалось разработать метод скорострельного секвенирования на основе масс-спектрометрии ионной подвижности ($SIMMS^2$) для анализа гепарансульфатов, основанный на особенностях ионной подвижности фрагментов из 4–10 моносахаридов. Для этого была составлена библиотека из 36 образцов с установленной структурой, включающая ди-, тетра-, гекса-, окта-, нона- и декасахариды. Молекулярные ионы соединений библиотеки и их фрагменты проходили через заполненную газом ячейку под действием слабого электрического поля, где они разделялись в соответствии с массой, зарядом, размером и формой. На основании полученных данных был вычислен параметр сечения столкновений, который оказался разным для каждого соединения. Таким образом, оказалось возможным не только различить структуры гепарансульфатов с разной длиной и определить состав и порядок дисахаридов, но и идентифицировать многие изомерные структуры. Используя перекрывающиеся последовательности олигонуклеотидов, удалось идентифицировать гексасахариды как с 2O-, так и с 6O-сульфатной группами, селективные по отношению к фактору роста фибробластов 2 (FGF2), но не к FGF1, и проследить взаимосвязь между структурой и активностью соединений.

Авторы надеются, $SIMMS^2$ поможет сконструировать гепарансульфаты, могущие стать основой новых противораковых и нейропротекторных препаратов.

Nature Communications, 2020;
DOI: 10.1038/s41467-020-15284-y

РЕКЛАМА



XI Научная конференция

АНАЛИТИКА СИБИРИ
и ДАЛЬНЕГО ВОСТОКА – 2020

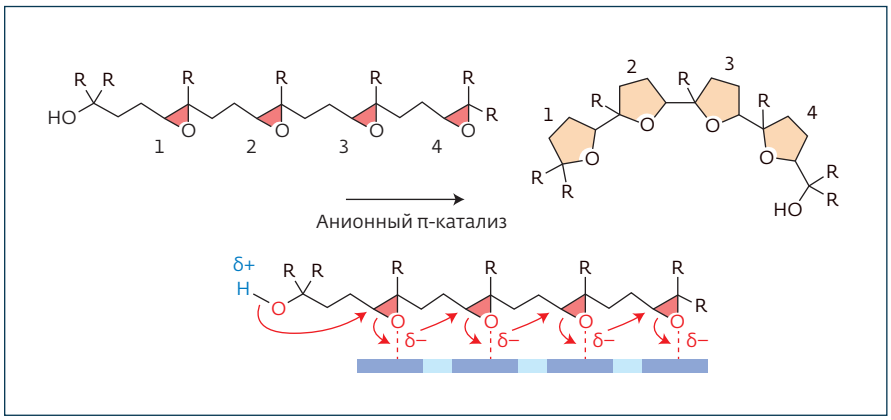
31 августа – 4 сентября 2020 года, Новосибирск

Организаторы: *Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Научный совет по аналитической химии РАН, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН, Новосибирский национальный исследовательский государственный университет*

Тематика конференции
Методы атомно-спектрометрического анализа.
Масс-спектрометрические методы.
Рентгеноспектральные и ядерно-физические методы.
Хроматографические методы.
Электрохимические методы анализа.
ИК и КР- спектрометрия.
Новые аналитические приборы.
Способы и системы пробоподготовки.
Анализ новых материалов и наносистем.
Анализ геологических, биологических, природных и медицинских объектов.
Хемометрика и метрология в анализе.

Подробная информация на сайте: conf.ict.nsc.ru/asfe-11/ru

Автокаталитический синтез природных полиэфиров



Одно из самых интригующих ферментативных превращений, наблюдаемых в природе, – циклизация терпенов в стероиды и сложные циклические полиэфиры, подобные бревеноксину и монензину. Это превращение происходит по электрофильному механизму, при котором образующиеся карбокатионы стабилизируются на π-поверхности кластера π-основных аминокислот фермента терпенсинтазы.

Химики из Университета Женевы пошли по прямо противоположному пути и предложили использовать для циклизации анионный π-катализ на ароматических π-кислотных соединениях. Анионный π-катализ противоречит интуитивному представлению химиков о механизмах протекания реакций, поэтому первое упоминание о такой реакции появилось лишь в 2013 году. Швейцарские ученые обнаружили, что делокализованный характер ароматических π-дефицитных ароматических поверхностей служит оптимальной платформой для реакции раскрытия эпоксидного цикла с образованием моноэфира, при этом не возникает необходимости во введении каких-либо активирующих групп. Наилучшими катализаторами для этой реакции оказались ароматические производные, имеющие положительный квадрупольный момент: гексафторбензол и нафталиндиимиды. С помощью теоретического моделирования была предложена структура переходного состояния, в котором образовавшийся оксолановый продукт располагался рядом с реагирующим эпоксидным циклом на π-кислотной поверхности. От мономерных эпоксидов исследователи перешли к димерам, тримерам и тетрамерам, подтвердив возможность протекания циклизации на олигомерных субстратах. Изучение кинетики процесса показало, что эфирные продукты, добавленные в начале реакции, сокращали время начала реакции и приводили к ее ускорению. Таким образом, циклизация происходит по каскадному автокаталитическому механизму, при этом $k_{auto} / k_{cat} > 10^4$ м$^{-1}$.

В настоящее время химики работают над получением энантиомерно чистых продуктов этой реакции и уверены в перспективности предложенного подхода для получения сложных природных соединений.

Angew. Chem. Int. Ed. 2020;
DOI: org/10.1002/anie.202000681

Синтезатор для малых органических молекул

Автоматизированные платформы синтеза позволяют химикам ускорить и упростить получение полимерных молекул. Так, повторяющиеся циклы реакций активации, сочетания и снятия защиты широко применяются для быстрого и воспроизводимого синтеза биополимеров: пептидов, олигонуклеотидов и олигосахаридов. Однако синтез малых молекул включает в себя стадии, проведение которых требует принципиально разных условий реакции. В многостадийных линейных схемах синтеза для каждого этапа применяется различное оборудование: насосы, реакторы, холодильники, нагреватели, мешалки и т.д., что затрудняет автоматизацию процесса. Кроме того, синтез малых органических молекул в большинстве случаев происходит не по линейной, а по конвергентной схеме, т.е. одновременно проходят несколько цепочек многостадийных превращений, после чего продукты этих превращений реагируют между собой.

Исследователи из Института Макса Планка под руководством Керри Гилмора (Kerry Gilmore) сконструировали синтезатор принципиально нового типа, в котором серия независимых модулей расположена радиально вокруг центральной коммутационной станции. В этих модулях используются любые реакционные условия, при которых могут проводиться как единичные превращения, так и последовательные трансформации; промежуточные соединения хранятся в отдельных емкостях; реакции могут быть объединены в многостадийные цепочки. Этот полностью автоматизированный инструмент способен проводить линейный и конвергентный синтез и не требует ручной переконфигурации между различными процессами. Встроенный мониторинг с помощью ИК-спектроскопии и ^{1}H/^{19}F ЯМР-спектроскопии позволяет выполнять анализ после каждой реакции и осуществлять обратную связь.

Радиальный синтезатор состоит из четырех секций: системы подачи растворителей и реагентов; центральной коммутационной станции, в которую включены реакторы и системы анализа; резервного модуля и емкости для сбора и хранения. Вся система находится в атмосфере азота под давлением. Максимально возможная температура реакции 150 °C, давление – до 9 бар.

Авторы продемонстрировали возможности предложенной радиальной системы, проведя многостадийный синтез противосудорожного препарата руфнамид, синтез 18 соединений из двух библиотек, а также фотохимическую окислительно-восстановительную реакцию кросс-сочетания с образованием связи углерод–азот, при этом не производилось никакой переконфигурации прибора.

Nature 2020;
DOI: 10.1038/s41586-020-2083-5